



SKRIPSI – TK 141581

**SINTESA DAN KARAKTERISASI
SUPERABSORBEN POLIMER DARI PATI DAN
ASAM AKRILAT**

Oleh:

Adhitiyan Basuki

NRP. 02211546000004

Hilman Maulana Ma'ruf

NRP. 02211546000038

Dosen Pembimbing:

Dr. Ir. Sumarno, M.Eng

NIP. 19640608 199102 1 001

Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T.

NIP. 19831114 201504 2 002

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018**



FINAL PROJECT – TK 141581

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF
SUPERABSORBENT POLYMER FROM ACRYLIC
ACID AND STARCH**

By :

Adhitiyan Basuki

NRP. 02211546000004

Hilman Maulana Ma'ruf

NRP. 02211546000038

Academic Supervisor:

Dr. Ir. Sumarno, M.Eng

NIP. 19640608 199102 1 001

Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T.

NIP. 19831114 201504 2 002

**DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF
TECHNOLOGY
SURABAYA
2018**

LEMBAR PENGESAHAN

Sintesa dan Karakterisasi Superabsorben Polimer dari Pati dan Asam Akrilat

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh
Gelar Sarjana Teknik pada
Program Studi S-1 Departemen Teknik Kimia Institut
Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh :

- | | |
|--------------------------|----------------|
| 1. Adhitiyan Basuki | 02211546000004 |
| 2. Hilman Maulana Ma'ruf | 02211546000038 |

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Dr. Ir. Sumarno, M.Eng.
2. Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T.
3. Dr. Ir. S.R. Juliastuti, M.Eng
4. Dr. Eva Oktavia Ningrum, S.T., M.Sc
5. Hikmatun Ni'mah, S.T., M.Sc., Ph.D.

[Handwritten signatures of the five examiners, each followed by a dotted line for a name]



Surabaya, Januari 2018

SINTESA DAN KARAKTERISASI SUPERABSORBEN POLIMER DARI PATI DAN ASAM AKRILAT

Nama/NRP : Adhitiyan Basuki 2315106004

Hilman Maulana Ma'ruf 2315106038

Departemen : Teknik Kimia FTI-ITS

Dosen Pembimbing : Dr. Ir. Sumarno, M.Eng

Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T.

ABSTRAK

Superabsorben polimer pada penelitian ini disintesa dari pati dan asam akrilat dengan inisiator *potassium peroxodisulfat* ($K_2S_2O_8$), *crosslinker* *N,N-methylenebisacrylamide* (MBA). Teknik polimerisasi yang digunakan adalah teknik polimerisasi larutan dengan metode kopolimerisasi *grafting*. Tujuan dari penelitian ini adalah mempelajari pengaruh konsentrasi inisiator, dan konsentrasi *crosslinker* terhadap *water absorbency* dan melakukan karakterisasi pada produk yang di hasilkan. Variabel tetap pada penelitian ini yaitu perbandingan berat pati : asam akrilat 3:1, waktu reaksi 2 jam, dan suhu reaksi 70 °C dengan variabel berubah konsentrasi *crosslinker* sebesar 1%-2% dengan interval 0,25% berat terhadap monomer dan variabel inisiator antara 0,5%-1,5% dengan interval 0,25% berat terhadap monomer. Produk yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi

dengan uji *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Differential Scanning Calorimetry* (DSC). Berdasarkan hasil FTIR, produk superabsorben polimer pati/asam akrilat terlihat sudah memiliki ikatan atau gugus yang terdapat pada bahan yang tampak dari peak yang terjadi. Dari hasil uji DSC pada produk dengan konsentrasi *crosslinker* 1% dan 2% (wt) terhadap asam akrilat menunjukkan Tg dan Tm masing-masing pada 119.76 °C, 306.31 °C dan 122.99 C, 311.56. Pada produk dengan konsentrasi inisiator 0.5% dan 1.5% (wt) terhadap asam akrilat menunjukkan Tg dan Tm masing-masing pada 130.43 °C, 308.24 °C dan 111.87 C, 307.5 C. Hal ini menunjukkan sudah terjadi perbedaan dengan Tg pada bahan dimana pati memiliki Tg 105 °C dan asam akrilat memiliki Tg 105 °C. Hasil SEM menunjukkan bahwa superabsorben polimer ini memiliki permukaan yang agak kasar, memiliki lubang/pori dan sudah tidak nampak granul-granul pati. Pada variabel *crosslinker*, *water absorbency* cenderung mengalami kenaikan pada konsentrasi 1%-1,5%. Saat konsentrasi *crosslinker* ditingkatkan, cenderung mengalami penurunan dimana kondisi optimumnya pada konsentrasi 1,5%. Pada variabel inisiator, *water absorbency* cenderung mengalami kenaikan pada konsentrasi 0,5%-1,25%, sedangkan saat konsentrasi diatas 1,25% mengalami penurunan.

Kata Kunci : superabsorben, polimerisasi, *grafting*, *water absorbency*

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF SUPERABSORBENT POLYMER FROM ACRYLIC ACID AND STARCH

Name/NRP : Adhitiyan Basuki 2315106004

Hilman Maulana Ma'ruf 2315106038

Department : Teknik Kimia FTI-ITS

Advisor : Dr. Ir. Sumarno, M.Eng

Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T.

ABSTRACT

Superabsorbent polymer in this study was synthesized from starch and acrylic acid with potassium peroxodisulfate ($K_2S_2O_8$) as initiator and N,N-methylenebisacrylamide (MBA) as crosslinker. Polymerization method used is solution polymerization by graft copolymerization method. The purpose of this study is to study the effect of initiator concentration and crosslinker concentration on water absorbency and characterized the product. The fixed variables are weight ratio starch : acrylic acid 1:3, reaction time 2 hours, and reaction temperature 70°C with variable change of crosslinker concentration equal to 1%-2% with interval 0.25%

weight of monomer and variable initiator between 0.5% - 1.5% with an interval of 0.25% by weight against the monomer. The resulting product is then characterized by Fourier Transform Infra Red (FTIR), Scanning Electron Microscopy (SEM), and Differential Scanning Calorimetry (DSC) test. Based on FTIR result, starch/acrylic acid superabsorbent product visible already has a bond or cluster present on the visible material of the peak occurring. From the DSC test result on products with 1% and 2% (wt) crosslinker concentration against acrylic acid showed glass transition temperature (T_g) and melting temperature (T_m) respectively at 119.76; 306.31°C and 122.99°C; 311.56°C. In products with 0.5% and 1.5% (wt) of initiator concentration of acrylic acid showed T_g and T_m respectively at 130.43°C; 308.24°C and 111.87°C; 307.5°C. This indicate that there has been a difference with T_g in the substance where starch has T_g 87.25°C and acrylic acid has a T_g of 105°C. The SEM result show that the superabsorbent polymer feature a rather coarse surface and has not seen starch granules. In the crosslinker variable, the water absorbency tends to increase at concentration of 1%-1.5%. when crosslinker concentration is increased, it tends to decrease where the optimum condition is at concentration of 1.5%. In the initiator variable, water

absorbency tends to increase at a concentration of 0.5%-1.25%, while concentration above 1.25% decrease.

Keywords :*superabsorbent, polymerizazion, grafting,water absorbency*

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami sampaikan kehadirat Allah SWT karena hanya dengan rahmat dan berkah-Nya sehingga kami dapat menulis dan telah menyelesaikan skripsi dengan judul **“SINTESA DAN KARAKTERISASI SUPERABSORBEN POLIMER DARI PATI DAN ASAM AKRILAT”**.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan laporan skripsi ini dapat diselesaikan atas bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Juwari, S.T, M.Eng. Ph.D, selaku Kepala Departemen Teknik Kimia FTI-ITS.
2. Bapak Dr. Ir. Sumarno, M.Eng selaku Kepala Laboratorium Teknologi Material, Departemen Teknik Kimia FTI-ITS.
3. Bapak Dr. Ir. Sumarno, M.Eng selaku Dosen Pembimbing I, Ibu Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T., selaku Dosen Pembimbing II, atas bimbingan dan arahan yang sudah diberikan.
4. Ibu Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T, selaku koordianator Tugas Akhir dan Skripsi Departemen Teknik kimia FTI-ITS.

5. Bapak dan Ibu Dosen pengajar dan karyawan Departemen Teknik Kimia FTI-ITS.
6. Orang tua dan seluruh keluarga yang telah memberikan dukungan, doa, dan kasih sayang kepada kami.
7. Teman-teman Laboratorium Teknologi Material, yang telah memberikan saran dan motivasi serta seluruh pihak yang tidak dapat penyusun sebutkan satu persatu, yang turut membantu penyusun.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan laporan skripsi ini masih banyak terdapat kekurangan, sehingga kritik dan saran yang membangun dari semua pihak sangat diharapkan untuk kesempurnaan laporan ini

Surabaya, Januari 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL

LEMBAR PERSETUJUAN

ABSTRAKi

ABSTRACTiii

KATA PENGANTARvii

DAFTAR ISIix

DAFTAR GAMBARxi

BAB I PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang 1

I.2 Perumusan Masalah5

I.3 Tujuan Penelitian 7

I.4 Manfaat Penelitian7

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Polimer.....9

II.2 Metode Polimerisasi 11

II.3 Polimer superabsorben..... 13

II.4 Asam Akrilat..... 15

II.5 *Starch*..... 17

II.6 *N,N-methylenebisacrylamide* 19

II.7 *Potassium Peroxodissulfate* / KPS ($K_2S_2O_8$)20

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Pendahuluan25

III.2 Bahan Penelitian.....	26
III.3 Variabel Penelitian	26
III.4 Peralatan Penelitian	27
III.5 Prosedur Penelitian.....	29
III.6 Penentuan <i>Water absorbancy</i>	31
III.7 Analisa Produk <i>Superabsorbent Polymer</i> (SAP)	33

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

IV.1 Sintesis superabsorben polimer pati/asam akrilat	35
IV.2 Uji karakterisasi	36

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan	51
V.2 Saran	52

DAFTAR PUSTAKA

DAFTAR NOTASI

APPENDIKS

BIODATA PENULIS

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1 Struktur kimia asam akrilat.....	16
Gambar II.2 Struktur dari pati (a) <i>amylose</i> (b) <i>amylopectin</i> ..	18
Gambar II.4 Struktur molekul <i>N,N-methylenebisacrylamide</i> .	20
Gambar II.5 Struktur molekul <i>potassium peroxodissulfate</i> ...	21
Gambar III.1 Skema garis besar penelitian	25
Gambar III.2 Rangkaian peralatan sintesa	28
Gambar III.3 Skema prosedur sintesa <i>superabsorbent polymer</i>	31
Gambar IV.1 Grafik hubungan antara konsentrasi crosslinker terhadap kapasitas penyerapan air dalam satuan g/g dan ml/ml	37
Gambar IV.2 Grafik hubungan antara konsentrasi inisiator terhadap kapasitas penyerapan air dalam g/g dan ml/ml	38
Gambar IV.3 Spektrum FTIR pati, asam akrilat, MBA dan produk superabsorben polimer pati/asam akrilat.....	40
Gambar IV.4 Grafik FTIR untuk masing-masing variabel crosslinker	42
Gambar IV.5 Grafik FTIR untuk masing-masing variabel inisiator	43

Gambar IV.6 Hasil SEM untuk (a) pati, (b) variabel <i>crosslink</i> 1,5% inisiator 1,5% dan (c) <i>crosslink</i> 1,25% variabel inisiator 1%	45
Gambar IV.7 Grafik hubungan antara temperatur dengan heat flow untuk produk dengan konsentrasi crosslinker 1% dan 2%	48
Gambar IV.8 Grafik hubungan antara temperatur dengan heat flow untuk produk dengan konsentrasi inisiator 0,5% dan 1,5%	49

BAB I

PENDAHULUAN

I.1. Latar Belakang

Polimer superabsorben atau yang biasa disebut *hydrogel* merupakan jaringan rantai polimer tiga dimensi dengan ikatan silang yang membawa disosiasi gugus fungsi ionic seperti asam karboksilat, karbokamida, hidroksil, amina, imida, dan gugus lainnya (Kiatkamjonwong,S., 2007). Polimer superabsorben secara efektif dapat menyerap sejumlah besar air, larutan garam, dan cairan dengan daya serap mulai 10 hingga 1000 kali dari bobot awalnya dan tidak melepas cairan tersebut (Pourjavadi dkk, 2007). Dengan kemampuan menyerap dan menyimpan air tersebut, polimer superabsorben dapat dimanfaatkan secara luas antara lain dalam bidang pertanian, farmasi, biomedis, *drug release* dan *diapers* (Gulrez K.H dkk, 2011).

Polimer superabsorben dapat dibuat dari turunan bahan alam seperti pati, kolagen, tepung, gelatin, selulosa, kitosan, dekstran, dan alginat yang mempunyai gugus hidrofilik dan mempunyai daya afinitas yang tinggi terhadap air ataupun bahan sintetik. Polimer ini memiliki kelebihan yakni

biokompatibel dan *biodegradable* (ramah lingkungan). Salah satu polimer alam yang banyak dipakai dalam pembuatan polimer superabsorben adalah pati. Hal ini karena harganya murah, mudah didapat dan ramah lingkungan, namun pati memiliki kelemahan antara memiliki sifat mekanik yang rendah dan tidak tahan dengan suhu tinggi. Selain itu modifikasi struktur dari polimer alam seringkali terbatas karena struktur kompleksnya. (Puspasari, 2012). Pati sangat potensial menjadi superabsorbent karena memiliki gugus hidroksil yang bersifat hidrofilik (Sun dkk, 2013).

Polimer superabsorben juga dapat dibuat dari polimer sintetik seperti *acrylamide*, *hydrolyzed polyacrylamide* (HPAM), dll. Polimer sintetik memberikan fleksibilitas yang tinggi dalam mengontrol struktur kimia polimer yang penting dalam pembuatan polimer superabsorben dan meningkatkan kekuatan polimer superabsorben. Meskipun memiliki aplikasi yang cukup luas, sebagian besar polimer superabsorben ini digunakan sebagai material sekali pakai, yang mana berbahan dasar polimer berbasis minyak bumi dengan biaya produksi yang tinggi dan memiliki dampak bagi lingkungan. Oleh karena itu sintesa polimer superabsorben dari bahan alami dan sintetik dapat menjadi salah satu alternatif sintesa polimer superabsorben yang ramah lingkungan, murah dan memiliki

kekuatan mekanik yang baik. Sintesa polimer superabsorben dari bahan alam dan sintetis dapat dilakukan dengan teknik polimerisasi larutan menggunakan metode *grafting*. Tipe polimer superabsorben yang paling banyak tersedia di pasar komersial adalah polimer cangkok (*grafting*) pati – asam akrilat yang dipreparasi melalui polimerisasi larutan (Kiatkamjornwong, S., 2007).

Penelitian terdahulu Kulkarni dkk, (2014) mempelajari pembuatan komposit polimer superabsorben polimer (asam akrilat)/*starch/bentonite* dengan inisiator *potassium peroxodisulfat* (KPS) dan *crosslinker N,N-methylenebisacrylamide* (MBA). Penelitian mempelajari pengaruh jumlah monomer, jumlah inisiator, jumlah *crosslink*, derajat netralisasi dan jumlah *bentonite clay* terhadap *water absorbency* pada waktu reaksi yang sama. Dari penelitian tersebut didapat beberapa kondisi optimal dari setiap variabel. Kondisi optimal tersebut antara lain inisiator dan *crosslink* pada 1.25% wt (terhadap monomer), derajat netralisasi 40%, rasio berat *starch* : AA = 1 : 3.

Ren dkk, (2012) melakukan penelitian sintesa polimer superabsorben dari amilum dengan monomer asam akrilat (AA) dan akrilamid (AM) dengan inisiator Potassium peroxodisulfate, dan *crosslinker N,N-methylenebisacrylamide*

dengan metode kopolimerisasi *grafting from*. Penelitian ini mempelajari berbagai pengaruh parameter seperti rasio monomer AM : AA, waktu reaksi, suhu reaksi, derajat netralisasi, jumlah *crosslinker*, dan inisiator terhadap daya serap air. Pada penelitian ini kondisi waktu reaksi terbaik adalah 2 jam. Waktu reaksi yang terlalu lama menyebabkan menurunnya daya serap air karena meningkatnya densitas dari *crosslinker*. Saat waktu polimerisasi lebih kecil, reaksi polimerisasi menjadi tidak sempurna dan massa molekul produk menjadi rendah sehingga *water absorbency* menurun. *Water absorbency* juga meningkat seiring dengan meningkatnya jumlah inisiator hingga mencapai konsentrasi optimum. Diatas konsentrasi optimum *water absorbency* akan menurun. Penelitian Fekete dkk (2017) mempelajari sintesa dan karakterisasi superabsorbent hydrogel berbasis *hydroxyethylcellulose* (HEC) dan asam akrilat dengan teknik polimerisasi larutan menggunakan crosslink radiasi gamma. Penelitian ini juga memperlajari rasio asam akrilat : HEC terhadap daya serap terhadap air dan larutan garam. Daya serap terhadap air superabsorben hydrogel meningkat dengan meningkatnya konsentrasi asam akrilat, semakin meningkatnya konsentrasi garam maka daya serap superabsorbent hydrogel semakin menurun.

Mengacu pada beberapa penelitian sebelumnya, penelitian yang akan dilakukan difokuskan pada pembuatan dan karakterisasi polimer superabsorbent menggunakan bahan alam pati karena memiliki harga yang murah dan ramah lingkungan dengan monomer asam akrilat dengan teknik polimerisasi larutan menggunakan metode *grafting*. Dalam pembuatan polimer superabsorbent dari inisiator dan *crosslink* yang digunakan yaitu *potassiumperoxodisulfate* (KPS) dan *N,N-methylenebisacrylamide* (MBA). Parameter yang akan dipelajari pengaruhnya terhadap *water absorbency* adalah pengaruh konsentrasi inisiator dan konsentrasi *crosslink* terhadap *water absorbency*.

I.2 Perumusan Masalah

Dari penelitian Kulkarni dkk, 2014 didapatkan bahwa *water absorbency* meningkat seiring meningkatnya konsentrasi monomer yang mana rasio terbaik antara *starch* : monomer 1:3. Hal ini disebabkan *grafting* dan berat molekul dari rantai poliasam akrilat tercangkok meningkat seiring meningkatnya kandungan asam akrilat. Pengaruh inisiator juga menunjukkan bahwa kenaikan konsentrasi inisiator akan meningkatkan *water absorbency*. Sedangkan pengaruh *crosslink* menunjukkan hal yang sebaliknya dimana kenaikan konsentrasi *crosslink* menyebabkan menurunnya *water absorbency* dengan

konsentrasi *crosslink* optimal pada 1.25%wt monomer. Hal disebabkan konsentrasi *crosslink* yang tinggi akan menciptakan *crosslinking*. Pada penelitian ini reaksi dilakukan pada suhu dan waktu reaksi yang tetap yaitu pada suhu 70°C dan selama 3 jam sehingga tidak ada pembahasan mengenai bagaimana pengaruh waktu reaksi terhadap *water absorbency*.

Penelitian Ren dkk (2012) menyebutkan bahwa waktu reaksi berpengaruh terhadap *water absorbency* yang mana jika terlalu lama akan menyebabkan menurunnya *water absorbency* karena akan meningkatkan densitas dari *crosslinker*. Sedangkan waktu reaksi yang kurang akan menyebabkan reaksi polimerisasi tidak berjalan sempurna sehingga berat molekul produk menjadi rendah. Konsentrasi *crosslink* juga berpengaruh terhadap *water absorbency* dimana konsentrasi *crosslink* yang optimal akan membuat densitas *crosslink* yang rendah sehingga molekul-molekul air lebih mudah masuk ke dalam jaringan. Akan tetapi *crosslink density* yang terlalu rendah akan menyebabkan produk akan larut dalam air.

Oleh karena dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mempelajari hubungan antara konsentrasi *crosslinker*, dan inisiator terhadap *water absorbency* dan melakukan karakterisasi produk yang dihasilkan dengan uji *Fourier*

transform Infra Red (FTIR), Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Differential Scanning Calorimetry(DSC).

I.3 Tujuan Penelitian

Mempelajari pengaruh konsentrasi *crosslinker* dan inisiator terhadap *water absorbency* dari produk yang dihasilkan

I.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Dapat mempelajari proses sintesa superabsorben polimer
2. Menghasilkan superabsorben polimer yang memiliki daya serap air tinggi
3. Mengetahui pengaruh konsentrasi *crosslinker* dan inisiator terhadap produk superabsorben polimer

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II

TINJAUAN PUSAKA

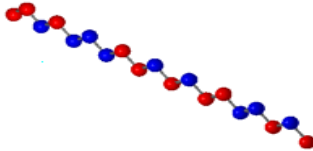
II.1 Polimer

Polimer adalah molekul rantai panjang yang tersusun oleh sejumlah besar unit pengulangan yang mempunyai struktur identik (monomer). Polimer dapat diklasifikasikan menurut beberapa kelompok. Berdasarkan strukturnya, polimer dikelompokkan menjadi polimer linier (lurus), bercabang, dan polimer jaringan tiga dimensi atau sambung silang. Berdasarkan sifat termalnya, polimer diklasifikasikan menjadi dua yaitu *thermoplastic polimer* dan *thermoset polimer*. *Thermoplastic polimer* adalah polimer yang dapat melunak setelah dipanaskan dan kembali lagi ke struktur asalnya setelah didinginkan. Sedangkan *thermoset polimer* adalah polimer yang tidak mudah melunak dan tidak kembali ke struktur asalnya setelah dipanaskan.

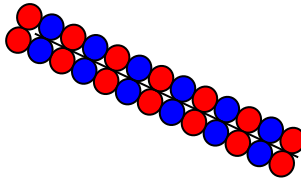
Klasifikasi polimer berdasarkan strukturnya dibagi menjadi dua bagian, yaitu homopolimer dan kopolimer. Polimer yang tersusun atas satu jenis monomer disebut homopolimer, sedangkan polimer yang tersusun atas dua jenis monomer disebut kopolimer. Berdasarkan pengaturan monomer pada

rantai polimer, kopolimer dibedakan menjadi empat macam, yaitu:

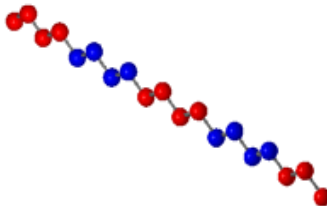
- *Random copolymer* (-A-A-B-A-B-B-B-A-A-B-)



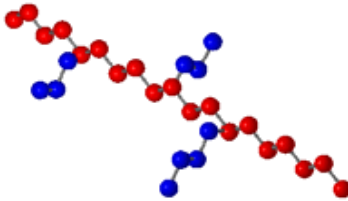
- *Alternating copolymer* (-A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-)



- *Block copolymer* (-A-A-A-A-B-B-B-B-A-A-)



- *Graft copolymer*



II.2 Metode Polimerisasi

Metode polimerisasi dilakukan sesuai dengan sifat monomer dan polimer yang dihasilkan, jenis reaksi dan spesifikasi polimer yang diinginkan. Selain itu metode yang dipakai juga harus mempertimbangkan masalah teknisnya seperti perpindahan panas, pengadukan dan perlakuan produk. Beberapa metode pembuatan polimer yang umum diaplikasikan antara lain : polimerisasi ruah (*bulk*), polimerisasi larutan (*solution*), polimerisasi suspensi, dan polimerisasi emulsi.

- **Polimerisasi Ruah (*Bulk*)**

Polimerisasi ini dilakukan dengan mereaksikan monomer-monomernya dalam keadaan murni baik gas maupun cairan dengan bantuan inisiator. Polimerisasi ini merupakan jenis yang paling sederhana dilihat dari segi formulasi dan peralatan, tetapi juga paling sulit dikontrol, terutama ketika reaksi polimerisasi tersebut sangat eksotermik.

- **Polimerisasi Larutan.**

Polimerisasi ini dilakukan dengan cara melarutkan monomer-monomer ke dalam pelarut yang sesuai sebelum reaksi polimerisasi berlangsung. Pemilihan pelarut sangat penting karena mempengaruhi berat molekulnya serta memungkinkan transfer panas yang efisien. Metode ini paling tepat untuk aplikasi dimana larutannya bisa digunakan secara langsung, seperti untuk bahan perekat atau cat yang memakai pelarut.

- **Polimerisasi suspensi**

Polimerisasi ini dilakukan dengan cara membuat suspensi monomer yang akan direaksikan dalam suatu pelarut dengan bantuan pengadukan sehingga terbentuk tetesan-tetesan monomer. Inisiator yang dipakai dilarutkan dalam pelarut dan terjadi polimerisasi ruah dalam tetesan-tetesan kecil tersebut. Panas reaksi yang terbentuk dapat diserap oleh *solvent* dan polimer yang terbentuk berupa butiran kecil sehingga mudah dalam penanganannya.

- **Polimerisasi Emulsi**

Polimerisasi emulsi menyerupai polimerisasi suspensi. Namun perbedaannya adalah pada polimerisasi suspensi, polimerisasi terjadi pada fase monomer atau organik,

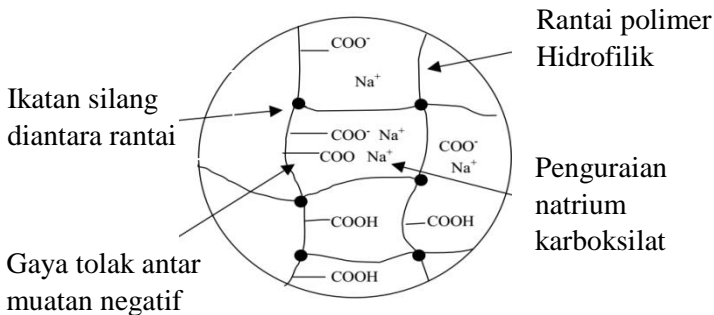
sedangkan pada emulsi, polimerisasi terjadi pada fase air atau medianya.

Pada polimerisasi emulsi, monomer didispersikan dalam air oleh suatu bahan pengemulsi. Radikal-radikal inisiator dihasilkan dalam fase air dan berdifusi ke dalam misel-misel bahan pengemulsi yang telah tergebung dengan molekul-molekul monomer. Ketika monomer dipakai dalam reaksi polimerisasi, maka lebih banyak lagi monomer yang berpindah ke dalam misel-misel, dan dengan demikian reaksinya pun berlanjut (Cowd & Stark, 1991).

II.3 Polimer Superabsorben (Hidrogel)

Polimer superabsorben (SAP) merupakan istilah yang dipakai untuk menggambarkan polimer dengan struktur jaringan terikat silang tiga dimensi dan adanya gugus hidrofilik. Polimer superabsorben dapat mengabsorpsi dan menyimpan air serta larutan berair dengan berat yang jauh lebih besar dari beratnya sendiri serta tidak melepaskannya lagi dalam kondisi yang sama (Elliot, 1999). Air yang telah diabsorpsi dapat didesorpsi lagi secara perlahan dengan menyimpan SAP dalam udara panas sehingga dapat digunakan untuk mempertahankan kandungan air di lingkungan sekitarnya.

II.3.1. Mekanisme swelling pada Superabsorben Polimer



Daya serap air merupakan karakteristik terpenting dari sebuah polimer superabsorben. Gugus hidrofilik yang polar akan terhidrasi pertama saat kontak dengan air yang menyebabkan jaringan akan mengembang. SAP telah digunakan secara luas dalam berbagai aspek misalnya sebagai penyerap cairan pada popok bayi sekali pakai, alat-alat kebersihan, aksesoris atletik, campuran pada adhesif dan kemasan produk makanan serta sebagai agen pencegah kontaminasi dengan mencegah perkembangan mikroorganisme pada berbagai produk. Umumnya polimer superabsorben di sintesa dengan polimerisasi radikal bebas monomer akrilat (seperti asam akrilat), garam natrium atau kaliumnya, akrilamida, dan agen pengikat silang (*crosslinker*) dengan teknik polimerisasi larutan atau polimerisasi inversi terbalik.

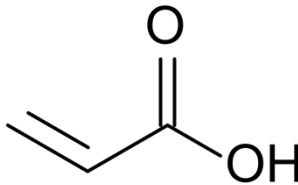
Superabsorben polimer dapat dikelompokkan menjadi empat kelompok berdasarkan basis ada atau tidaknya muatan

listrik yang ada pada rantai ikatan silang yaitu non ionic, ionic, ampoterik elektrolit, dan *zwitter ionic (polibetaine)* yang mengandung gugus anion dan kation pada setiap unit struktur pengulangan. Superabsorben komersial umumnya adalah anionic.

Berdasarkan sumber bahannya superabsorben polimer umumnya dibagi menjadi dua kelompok utama yaitu sintetis (berbasis petrokimia) dan alami. Superabsorben alami sendiri dibagi menjadi dua kelompok yaitu berbasis polisakarida dan polipeptida (protein).

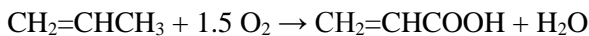
II.4 Asam akrilat

Asam akrilat merupakan suatu senyawaorganik berbentuk cairan tak berwarna berbau tajam pada kondisi lingkungan dengan struktur molekul sepertiyang disajikan pada gambar II.1. Asam akrilat mudah terpolimerisasi jika terkena panas dan mudah bereaksi dengan radikal bebas. Molekul ini merupakan asam karboksilat tak jenuh dengan gugus vinil yang terikat langsung dengan gugus karboksilat. Cairannya tidak berwarna dan memiliki bau yang tajam. Senyawa ini dapat larutdalam air, alkohol, eter dan kloroform. Lebih dari 1 milyar kg asam akrilat diproduksi di berbagai negara tiap tahunnya. Dalam pembuatan SAP, asamakrilat berfungsi sebagai monomer.

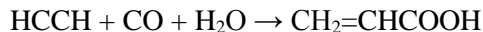


Gambar II.1 Struktur kimia asam akrilat
(en.wikipedia.org)

Asam akrilat dapat diproduksi melalui reaksi oksidasi propena yang merupakan produk samping dari reaksi antara etilen dan bensin. Reaksi pembentukan asam akrilat dari propena berlangsung menurut persamaan reaksi berikut.



Selain itu, asam akrilat juga dapat diproduksi melalui reaksi antara etuna (asetilen) dan karbonmonoksida dengan kehadiran air. Reaksi tersebut berlangsung menurut persamaan reaksi berikut.



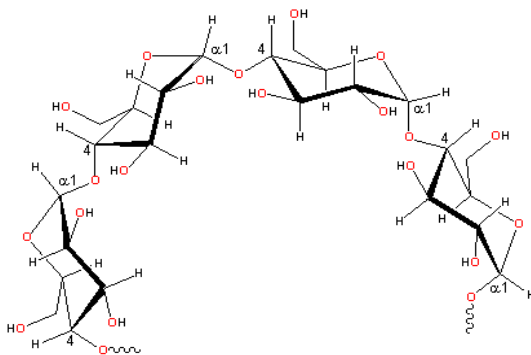
Asam akrilat juga dapat bereaksi dengan dirinya sendiri membentuk asam poliakrilat atau dengan suatu monomer (akrilamida, akrilonitril, vinil, stirena dan butadiena) melalui reaksi pada ikatan rangkapnya membentuk homopolimer atau kopolimer yang digunakan dalam berbagai industri termasuk

plastik, adhesif, elastomer dan dunia perminyakan sebagai polimer untuk EOR (*enhanced oil recovery*).

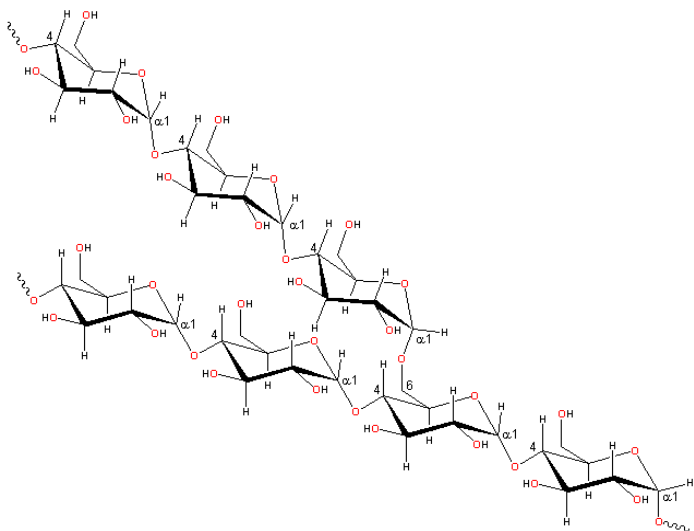
II.5 Pati

Pati merupakan polimer alami yang termasuk jenis polisakarida. Sumber pati antara lain : sereal (biji-bijian), kentang, kacang-kacangan dan hasil tanaman lain. Konstituen utama pati adalah *amylose* (15 – 20 %) yang mempunyai struktur *helix* tak bercabang dan BM rendah (range 10.000 – 60.000) dan *amylopectin* (80% - 85%) yang tersusun dari rantai yang bercabang dengan BM tinggi (range 50.000 – 1000.000), (www.lsbu.ac.uk).

(a)



(b)



Gambar II.2. Struktur dari starch : (a) *amylose* (b) *amylopectin*
(Chaplin,2006)

Beberapa macam pati ditinjau dari sumbernya :

❖ Maizena

Pati yang berasal dari jagung dikenal dengan nama *maizena*. *Maizena* terdiri dari 23% *amylose* dan 77% *amylopectin*. Memiliki bentuk granula *spherical* dengan range 2-30 mikron. Maizena berwarna krem karena adanya zat warna *xantofil*. Suhu gelatinisasi adalah 60 – 70 °C.

❖ Tapioka

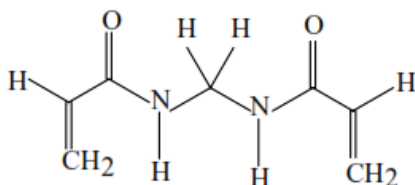
Menurut Moorthy (2004), kadar amilosa tepung tapioka berada pada kisaran 20-27% mirip dengan pati tanaman lain, sedangkan kadar amilosa pada singkong sekitar 18-25%.

Variasi kadar amilosa tergantung dari varietas singkong. Sementara itu, menurut Pomeranz (1991), kadar amilosa tepung tapioka yaitu sekitar 17%. Pati singkong mengandung 83% amilopektin yang mengakibatkan pasta yang terbentuk menjadi bening dan kecil kemungkinan untuk terjadi retrogradasi (Chan, 1983). Menurut Phillips dan Williams (2000), ukuran granula pati singkong 4-35 μm , berbentuk oval, kerucut dengan bagian atas terpotong, dan seperti kettle drum. Menurut Pomeranz (1991), suhu gelatinisasi tapioka berkisar antara 52- 64°C. Kadar air pada tapioka sekitar 10-12%. Perbedaan kadar air sampel dapat dipengaruhi oleh proses pengolahan, khususnya pada saat pengeringan.

II.6 N,N-Methylenebisacrylamide (MBA)

Untuk mengubah keadaan polimer sehingga tak dapat larut dalam air, rantai-rantai harus tersambung-silang. Akan tetapi, kemampuan polimer untuk menggembung (*swelling*) turun selagi derajat sambung-silang meningkat. Untuk itu, yang diharapkan bahwa setiap rantai sepanjang mungkin dan tersambung-silang hanya di beberapa tempat. Salah satu contoh penyambung-silang yang diperlukan sangat sedikit (sekitar 0,08 mol % relatif terhadap asam akrilat) adalah *N,N-methylenebisacrylamide* atau MBA. *N,N-methylenebisacrylamide* (MBA) memiliki rumus kimia $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_2$. Zat ini mengandung dua ikatan rangkap yang

reaktif, sehingga dapat bergabung ke dalam dua rantai yang berbeda ketika polimerisasi berlangsung, sehingga menghasilkan ikatan sambung-silang. Meskipun MBA memiliki gugus fungsional amina, nampaknya sangat tahan terhadap hidrolisis. Absorbansi naik signifikan dengan konsentrasi *crosslinker* rendah, tetapi kekuatan gel berkurang (Garner, C.M., et al., 1997 : 95 – 99).



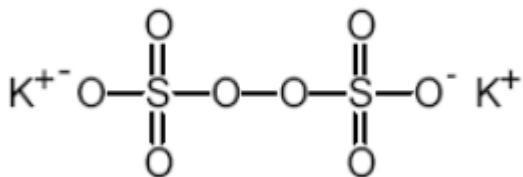
Gambar II.3 Struktur molekul N,N-methylenebisacrylamide

II.7. Potassium peroxodisulfate / KPS ($K_2S_2O_8$)

KPS merupakan garam putih, kristal halus dan tidak berbau. KPS digunakan sebagai inisiator (sumber radikal bebas) untuk polimerisasi larutan atau emulsi monomer akrilat dan sebagai agen pengoksidasi kuat dalam berbagai aplikasi dimana memiliki keuntungan karena sifat higroskopis yang rendah, aman, dan mudah ditangani. Oleh karenanya produk yang dihasilkan bebas dari kontaminan ion ammonium sehingga

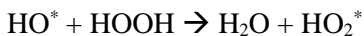
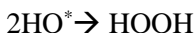
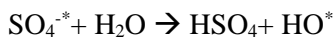
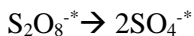
produk memiliki kemurnian yang tinggi selain KPS memiliki stabilitas dalam penyimpanan (www.united-initiators.com).

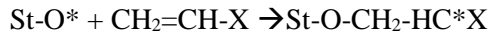
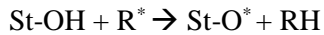
Struktur molekul *potassium peroxodisakulfate* ditampilkan pada gambar berikut :



Gambar II.4 Struktur molekul *Potassium Peroxodisulfate*
(www.united-initiators.com)

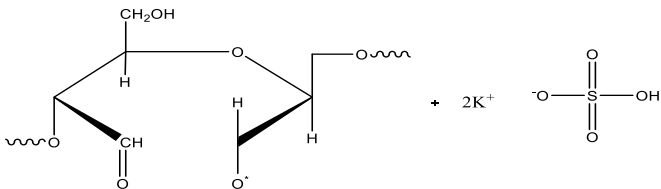
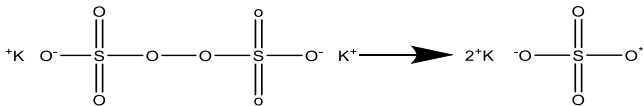
Umumnya, larutan persulfat jika dipanaskan akan terurai menghasilkan radikal sulfat bersama dengan radikal bebas lainnya. Mekanisme untuk *grafting* dengan pati sebagai model substrat (Athawale, 2007) yaitu :

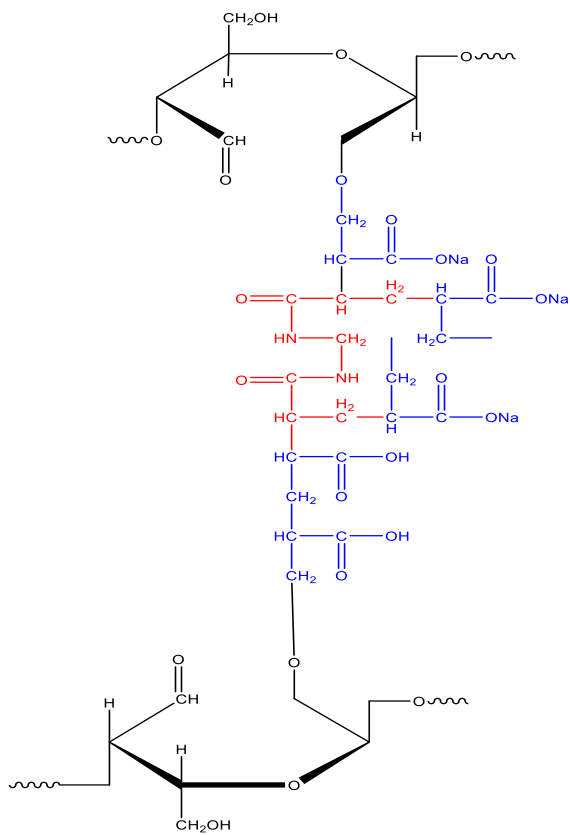
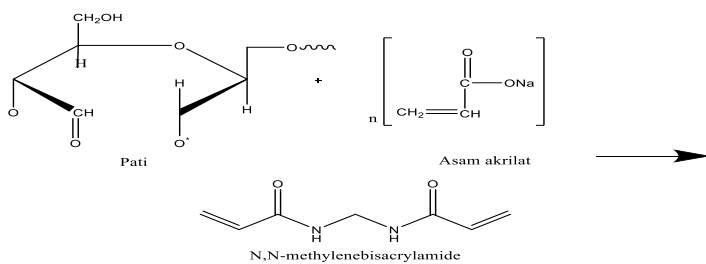




Makromolekul \rightarrow kopolimer graft

Mekanisme reaksi kopolimerisasi pati/asam akrilat dengan adanya *crosslinker* N,N-Methylenebisacrylamide





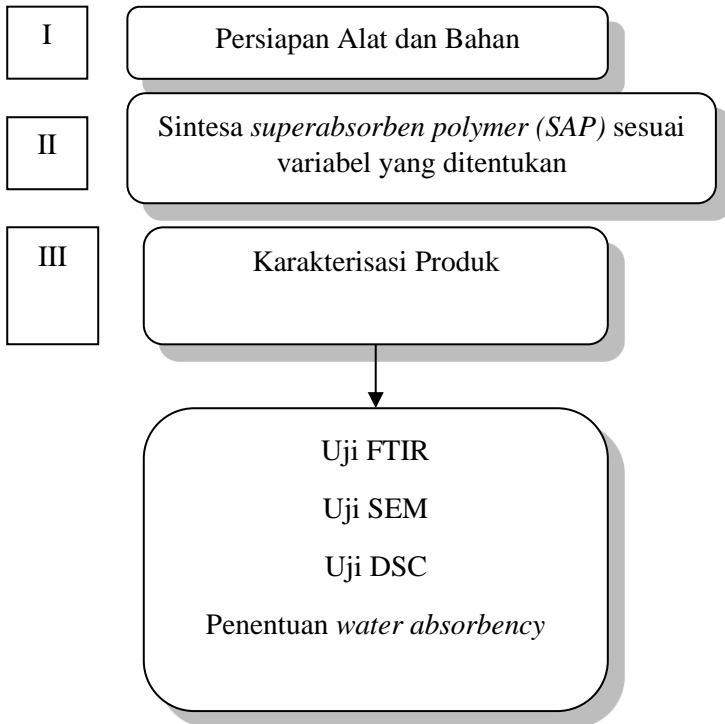
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Pendahuluan

Penelitian yang dilakukan secara garis besar sebagai berikut :



Gambar III.1 Skema garis besar penelitian

III.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- Monomer : Asam akrilat
- *Crosslinker* : *N,N*-methylenebisacrylamide (MBA)
- Inisiator : *Kalium Peroxodisulfate* ($K_2S_2O_8$)
- *Backbone* : Pati
- Purger : Gas nitrogen
- Pelarut : Aquades
- *Netralizer* : NaOH
- Presipitan : Etanol

III.3 Variabel Penelitian

Variabel percobaan yang akan dipelajari pengaruhnya terhadap *water absorbency* adalah sebagai berikut :

Variabel tetap :

Suhu Reaksi = 70 °C

Waktu reaksi = 2 jam

Derajat netralisasi = 40%

Perbandingan berat pati : asam akrilat = 1:3

Larutan starch 10% wt/v

Varibel berubah :

- a. Pada konsentrasi inisiator 1,5% wt monomer

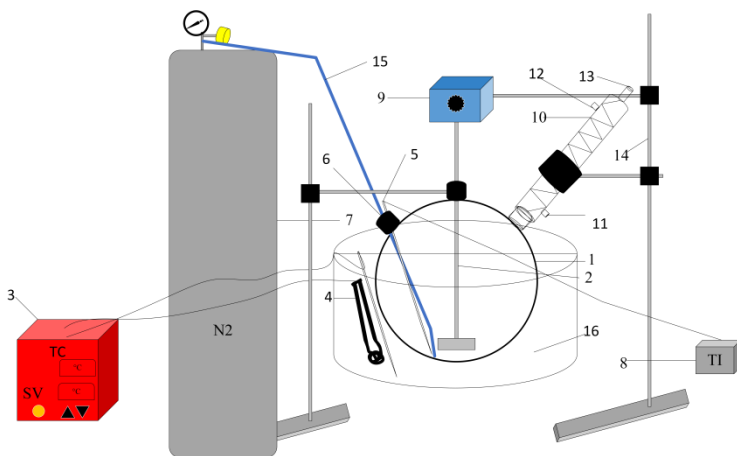
Konsentrasi *crosslinker* (% wt monomer) = 1 ; 1,25 ; 1,5 ;
1,75 ; 2

- b. Pada konsentrasi *crosslinker* 1,25% wt monomer

Konsentrasi inisiator (% wt monomer) = 0,5 ; 0,75 ; 1 ; 1,25
; 1,5

III.4 Peralatan Penelitian

Pada sintesa superabsorbenpolimer, digunakan reaktor berupa labu leher tiga yang dilengkapi pengaduk, *thermocouple* dan *purging*. Suhu polimerisasi dikontrol dengan *controller* yang dilengkapi *heater* dan diukur dengan *thermocouple* yang dipasang pada bagian karet *proof*. Adanya reaktan yang menguap selama polimerisasi diembunkan dengan menggunakan kondensor yang dipasang pada air pendingin. Untuk mengusir oksigen yang dapat menghambat reaksi dilakukan dengan cara menghembuskan gas nitrogen (N_2) secara kontinyu pada tekanan atmosferik. Gas N_2 dialirkan dari tabung N_2 yang diatur menggunakan regulator. Adapun susunan peralatan dapat dilihat pada gambar III.2



Gambar III.2. Rangkaian peralatan sintesa

Keterangan :

- | | |
|------------------------------------|---------------------------|
| 1. Reaktor polimerisasi | 9. Motor pengaduk |
| 2. Pengaduk | 10. Kondensor |
| 3. <i>Temperature controller</i> , | 11. Air pendingin masuk |
| 4. Heater | 12. Air pendingin keluar |
| 5. <i>Thermocouple</i> | 13. Outlet N ₂ |
| 6. Inlet bahan kimia | 14. Statif dan klem |
| 7. Tabung nitrogen | 15. Selang N ₂ |
| 8. <i>Temperature indicator</i> | 16. Loyang |

III.5. Prosedur Penelitian

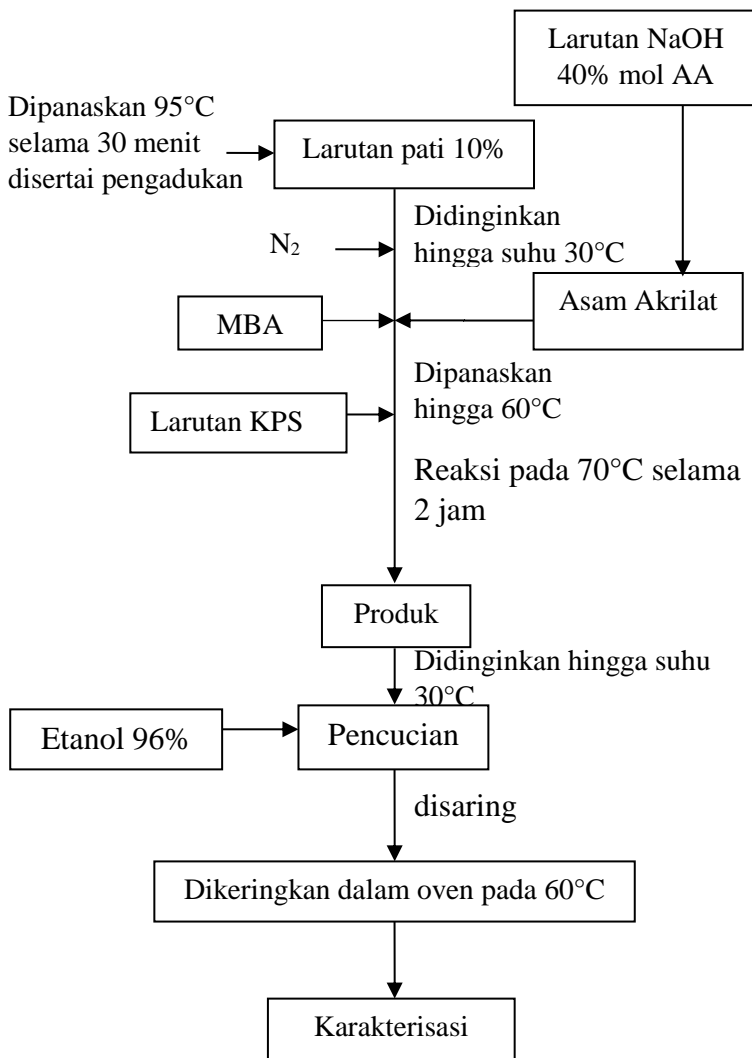
Sintesa Superabsorben Polimer

Prosedur sintesa superabsorben polimer (*SAP*) dengan metode polimerisasi larutan secara skematis dapat dilihat pada Gambar III.3. Kondisi operasi yaitu waktu sintesa polimer superabsorben, disesuaikan dengan variabel yang telah ditetapkan.

Prosedur sintesa superabsorben polimer (*SAP*) adalah sebagai berikut :

1. Membuat larutan pati 10% wt/v kemudian memasukkan ke dalam reaktor labu leher tiga yang dilengkapi pengaduk, kondenser, dan pengatur suhu yang diletakkan diatas *waterbath* dengan suhu 95°C selama 30 menit sambil diaduk.
2. Mendinginkan sampai suhu 30°C sambil tetap diaduk dan dilakukan purging. Kemudian menambahkan monomer asam akrilat yang telah dinetralisasi dengan larutan NaOH 40% mol AA dan *crosslinker* MBA sesuai variabel yang telah ditentukan dan memanaskan sampai 60°C.

3. Menambahkan inisiator ($K_2S_2O_8$) sesuai variabel disertai purging nitrogen, kemudian memanaskan pada suhu $70^{\circ}C$ selama 2 jam.
 4. Mendinginkan sampai suhu $30^{\circ}C$, kemudian mencuci dengan etanol kemudian menyaring dan mengeringkan dalam oven pada $60^{\circ}C$ sampai beratnya konstan. Produk kering selanjutnya dilakukan karakterisasi.
- Secara skematis, urutan / prosedur sintesa superabsorben polimer ditunjukkan pada gambar III.3



Gambar III.3. Skema prosedur sintesa superabsorben polymer

III.6 Penentuan *Water Absorbency*

Penentuan ini diperlukan untuk mengetahui kapasitas absorpsi polimer superabsorben. Polimer superabsorbent (SAP) kering diambil sebanyak 0,27 gram sebagai W₁ kemudian mengukur volumenya (V₁) lalu direndam dalam 100 mL aquades dalam gelas ukur 100 mL. Setelah itu didiamkan selama 30 menit, kemudian ditambahkan aquades sampai jenuh. Setelah jenuh, air sisa dipisahkan sampai tidak ada air yang bebas. Polimer superabsorben lalu diukur volume (V₂) dan massanya (W₂). Pengukuran volume ini bertujuan untuk mengetahui *volume ekspansi* dari superabsorben ini. Pada polimer superabsorben SAP dipelajari dengan menggunakan persamaan berikut (Salim, 2009) :

$$S = W_2 - W_1 / W_1$$

dimana S= Absorbansi (g/g)

W₁ = berat sampel sebelum menyerap air(g)

W₂ = berat sampel beserta air yang diserap (g)

$$V = V_2 - V_1 / V_1$$

dimana V = volume ekspansi (mL/mL)

V₁ = volume sebelum menyerap air (mL)

V₂ = volume sampel beserta air yang diserap (mL)

III.7 Analisa Produk Superabsorben Polymer (SAP)

1. FTIR (*Fourier Transfer Infra Red*)

FTIR merupakan teknik untuk mengidentifikasi adanya gugus fungsi pada suatu molekul. Analisa frekuensi ini mampu mengidentifikasi sampel sehingga gugus fungsinya diketahui menyerap cahaya pada frekuensi tertentu. Dengan analisa FTIR ini bisa dibedakan gugus dari pati, asam akrilat, MBA dan SAP starch/asam akrilat. Pada analisa FTIR, sample dianalisa dengan jangkauan gelombang pada kisaran $4000-400\text{ cm}^{-1}$.

2. SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Uji morfologi ini dilakukan dengan alat SEM (*Scanning Electron Microscope*). SEM dapat dipakai untuk menyediakan informasi mengenai pemetaan permukaan sampel dan komposisi. Dari gambar yang dihasilkan kemudian diperkirakan yang meliputi gambaran porinya..

3. DSC (*Differential Scanning Calorimetry*)

Differential Scanning Calorimetry (DSC) digunakan untuk menganalisa transisi termal yang

terjadi dalam sampel polimer ketika sampel tersebut didinginkan atau dipanaskan dibawah inert atmosfer dan suhu transisi gelas dan *melting* dapat ditentukan. Dalam eksperimen analisa dua pan ditempatkan pada dua tempat dengan posisi identik yang terhubung ke furnace. Pan satu berisi polimer dan pan satunya kosong sebagai referensi. Kemudian kedua pan dipanaskan dengan laju spesifik. Komputer menjamin kedua pan dipanaskan pada laju yang sama. Karena satu pan berisi tambahan material polimer maka pan tersebut akan mengambil panas lebih untuk menjaga suhu sampel naiki. Plot dapat dibuat dimana perbedaan aliran panas (*heat flow*) antara sampel dan referensi sebagai fungsi suhu (Braun. D et all, 2005). Pemanasan sampel dilakukan mulai dari suhu 30°C sampai dengan 300°C dengan laju pemanasan 10°C/ menit

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

IV.1 Sintesis Superabsorben Polimer Pati/Asam Akrilat

Dalam penelitian ini, superabsorben polimer hidrogel dibuat dengan mereaksikan *pati* dan asam akrilat, menggunakan inisiator kalium persulfat (KPS) dan *N,N-methylenebisacrylamide* (MBA) sebagai agen pengikat silang. Awalnya *pati* dilarutkan dalam aquades kemudian dipanaskan sampai suhu 95°C selama 30 menit untuk memastikan pati tergelatinisasi sempurna. Sebelum direaksikan dengan pati yang sudah tergelatinasi, AA terlebih dahulu dinetralisasi 40% dengan NaOH untuk melepaskan ion H^+ dari $COOH$ dengan pH akhir sekitar 4.5. Penggaraman ini bertujuan untuk menambah kapasitas penyerapan air karena muatan negatif gugus (COO^-) pada asam akrilat dapat mengikat air lebih kuat dari pada gugus $-OH$. Selanjutnya pati yang sudah tergelatinasi didinginkan sampai suhu 30°C kemudian ditambahkan monomer asam akrilat 40% netralisasi dan MBA (*crosslinker*) sambil dilakukan pengadukan dengan kecepatan 250 rpm untuk menghomogenkan campuran serta purging N_2 .

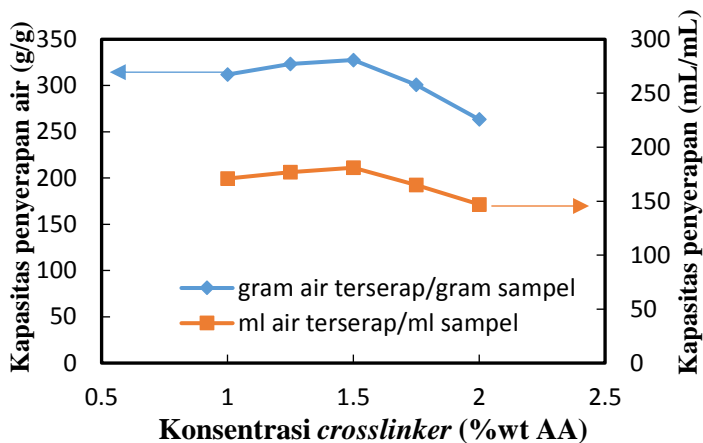
Purging N_2 dimaksudkan untuk menghilangkan gas O_2 yang berada dalam sistem yang dapat membentuk peroksida yang akan menghambat kopolimerisasi. Selanjutnya suhu

dinaikkan menjadi 60°C dan dimasukkan inisiator KPS yang akan terurai menjadi radikal dan akan menginisiasi gugus -OH pada pati menjadi pati radikal. Pati radikal akan menyerang ikatan rangkap C=C pada monomer asam akrilat membentuk makro radikal pati-O-CH₂-CH*-COONa. Radikal C* yang masih terdapat pada makro radikal tersebut akan menyerang kembali ikatan rangkap pada monomer *acrylic acid* lainnya sehingga membentuk rantai cangkok *polyacrylic acid* yang panjang. Tahap ini merupakan tahap propagasi yaitu pertumbuhan rantai *polyacrylic acid* yang telah tercangkok pada *backbone pati*. Tahap terminasi melibatkan pembentukan ikatan silang (*crosslinking*) antara makro radikal *pati-graft-polyacrylic acid* membentuk kopolimer cangkok dan ikatan silang.

IV.2 Uji Karakterisasi

IV.2.1. Kapasitas penyerapan air

IV.2.1.1. Pengaruh Konsentrasi Crosslinker terhadap Kapasitas Penyerapan air

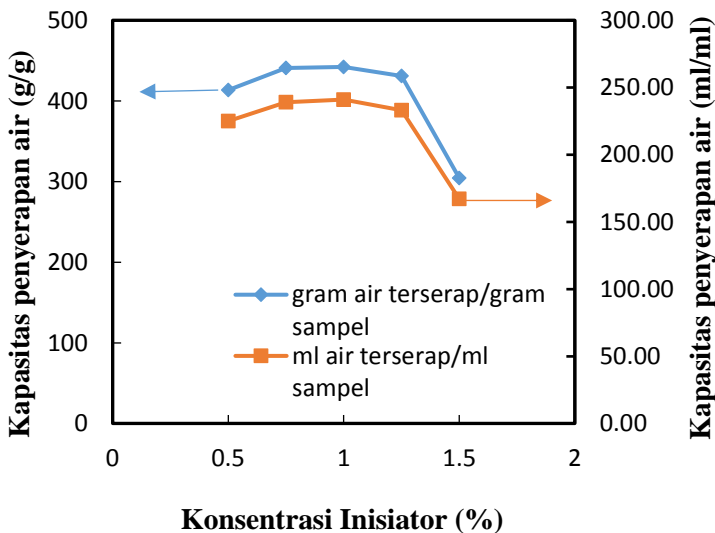


Gambar IV.1 Grafik hubungan antara konsentrasi *crosslinker* terhadap kapasitas penyerapan air dalam satuan g/g dan ml/ml

Berdasarkan hasil pada gambar IV.1, terlihat kapasitas penyerapan air polimer superabsorben pati/poli asam akrilat mengalami kenaikan pada konsentrasi *crosslinker* 1% hingga 1.5% dimana kondisi optimumnya berada pada konsentrasi *crosslinker* 1.5% dengan nilai kapasitas penyerapan air 323,64 g/g dan 181 ml/ml. Namun saat konsentrasi *crosslinker* ditingkatkan diatas 1,5 % hingga 2% kapasitas penyerapan air mengalami penurunan. Jumlah *crosslinker* yang rendah menyebabkan kapasitas penyerapan air rendah karena rendahnya kerapatan *crosslinker* sehingga tidak mampu untuk

mempertahankan air yang diserap (Anah et al, 2010). Sedangkan konsentrasi *crosslinker* yang lebih tinggi dari nilai optimum menyebabkan titik ikatan silang yang lebih banyak sehingga pori di dalam jaringan menjadi lebih kecil yang menyebabkan menurunnya kapasitas penyerapan air (Li Q, 2010).

IV.2.1.2. Pengaruh Konsentrasi inisiator terhadap Kapasitas Penyerapan air

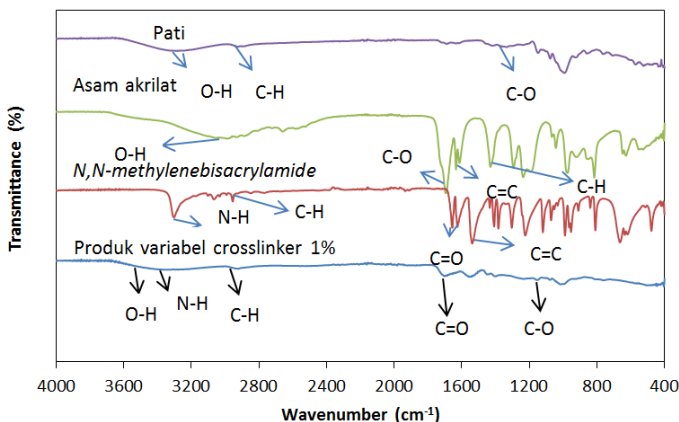


Gambar IV.2 Grafik hubungan antara konsentrasi inisiator terhadap kapasitas penyerapan air dalam g/g dan ml/ml

Berdasarkan hasil yang didapatkan pada gambar IV.2, terlihat bahwa kapasitas penyerapan air meningkat

seiring meningkatnya konsentrasi inisiator. Superabsorben polimer pati/asam akrilat dengan konsentrasi inisiator 1,25% mempunyai nilai *kapasitas penyerapan air* paling besar yakni 458,46 g/g dengan rasio volume 241 ml/ml. Pada saat konsentrasi inisiator 0,5%-1% memiliki *kapasitas penyerapan air* yang lebih kecil dibandingkan dengan konsentrasi inisiator 1,25%. Ketika konsentrasi inisiator terlalu rendah maka jumlah radikal yang dihasilkan sedikit yang menyebabkan proses polimerisasi berjalan kurang sempurna dan menyebabkan jaringan polimer tidak terbentuk secara efisien sehingga berpengaruh terhadap *water absorbansy* nya. Superabsorben polimer yang disintesis dengan penambahan inisiator di atas 1,25% yakni 1,5% berat terhadap monomer asam akrilat menunjukkan turunya kemampuan daya serap air. Sedangkan jumlah inisiator yang semakin meningkat dapat menyebabkan terbentuknya poliasam akrilat sehingga yang menjadi kopolimer berkurang dan menurunkan kapasitas penyerapan air (Abidin, 2014).

IV.2.2 Uji FTIR (Fourier Transform Infra Red)



Gambar IV.3. Spektrum FTIR pati, asam akrilat, MBA dan produk superabsorben polimer pati/asam akrilat

Gambar IV.3 di atas menunjukkan hasil Uji FTIR pada bahan pati, asam akrilat, MBA dan sampel produk dengan variabel crosslinker 1%. Pati mengandung ikatan C-H, C-O, dan O-H. Hasil interpretasi spektrum IR untuk pati haruslah mengandung ikatan-ikatan di atas. Berdasarkan hasil interpretasi, tampak bahwa pada bilangan gelombang 2927; 762,45 cm^{-1} terbentuk puncak, dimana hal ini menunjukkan terdapatnya ikatan C-H. Selain itu, pada bilangan gelombang 3277,84 cm^{-1} terbentuk puncak yang menunjukkan terdapatnya ikatan O-H. Pada sampel *pati* yang diukur juga terdapat ikatan C-O yang ditandai dengan munculnya puncak pada bilangan

gelombang 1306,52; 1148,97; 1076,3 cm^{-1} . Hasil yang diperoleh ini sesuai dengan penelitian Ashri A et al,2017 yang juga melakukan karakterisasi superabsorben polimer.

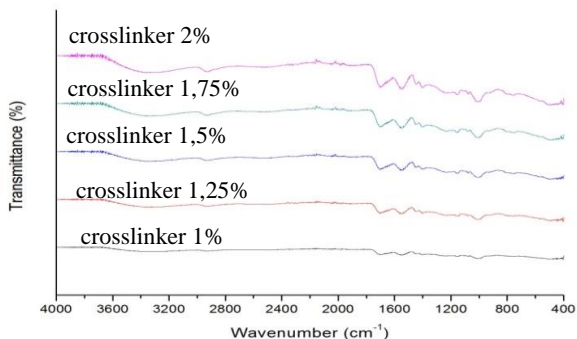
Hasil interpretasi spektrum IR untuk asam akrilat menunjukkan puncak pada bilangan gelombang 1694,07 cm^{-1} yang menunjukkan adanya ikatan C=O dan puncak pada bilangan gelombang 1430,61 cm^{-1} yang menunjukkan adanya ikatan C-H. Puncak gelombang pada 1614,46 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C=C, sedangkan puncak gelombang pada 2987,92 cm^{-1} dan 2658,78 cm^{-1} merujuk pada ikatan O-H dari gugus asam akrilat.

Sementara hasil interpretasi spektrum IR untuk MBA menunjukkan adanya puncak pada bilangan gelombang 3302,56 cm^{-1} yang menunjukkan adanya ikatan N-H. Puncak pada bilangan gelombang 3103,96; 3066,02; 2986,81, 2955,32 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C-H. Puncak pada bilangan gelombang 1655,79 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C=O dan pada bilangan gelombang 1538,23 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C=C yang berada pada MBA.

Karena produk superabsorbent polimer pati/asam akrilat ini merupakan gabungan dari pati, asam akrilat, dan MBA maka gugus kimia yang ada pada ketiga senyawa tersebut harus terdapat pada produk. Spektrum FTIR superabsorbent polimer pati/asam akrilat menunjukkan puncak bilangan

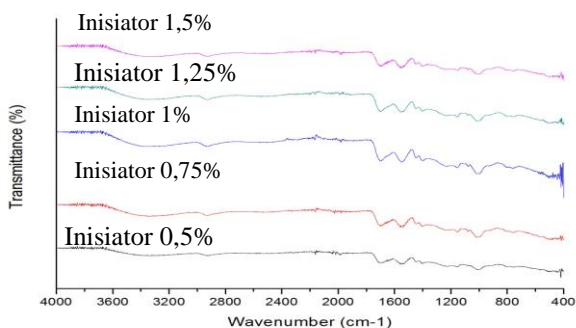
gelombang O- H serta N-H yang lebar dan kuat pada $3346,55\text{ cm}^{-1}$, puncak gelombang C-H pada 2927 ; $1448,76$; dan $1400,23\text{ cm}^{-1}$, serta puncak gelombang ikatan (C-O) pada $1153,97$ dan $1015,47\text{ cm}^{-1}$. Selain itu juga terdapat serapan khas dari asam akrilat dan MBA, yaitu ikatan N-H pada bilangan gelombang $3346,55\text{ cm}^{-1}$, ikatan C=O pada $1701,08\text{ cm}^{-1}$. Selain itu, juga terdapat puncak gelombang pada $1077,99\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus C-N pada produk superabsorbent polimer pati/asam akrilat .

Dari gambar diatas juga dapat dibandingkan spektra IR ketiga bahan dengan produk superabsorben polimer dimana terlihat beberapa puncak pada titik yang sama yang menandakan adanya ikatan yang sama. Ikatan ini membuktikan bahwa pati, asam akrilat, dan MBA telah terdapat pada produk.



Gambar IV.4 Grafik FTIR untuk masing-masing variabel *crosslinker*

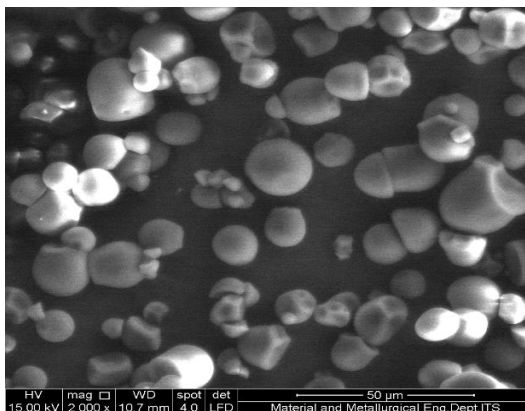
Dari gambar VI.4, dapat dilihat bahwa peak-peak yang ada pada masing-masing produk dengan konsentrasi crosslinker yang berbeda telah menunjukkan kemiripan hanya saja memiliki ketajaman peak yang berbeda. Dari gambar juga terlihat bahwa konsentrasi *crosslinker* mempengaruhi ketajaman peak. Semakin tinggi dosis *crosslinker* yang ditambahkan maka ketajaman peak yang terjadi juga semakin tinggi. Hal ini dikarenakan semakin tinggi penambahan dosis *crosslinker* maka semakin banyak pula ikatan atau gugus pada crosslinker yang terambil yang mempengaruhi ketajaman peak. yang terambil akan semakin pada *crosslinker* Dari identifikasi gugus-gugus fungsinya, gugus fungsi pada produk-produk menunjukkan gugus fungsi pada bahan baku, selain itu ikatan C=C pada asam akrilat dn MBA sudah tidak ada, hal ini mengindikasikan bahwa proses grafting telah terjadi.



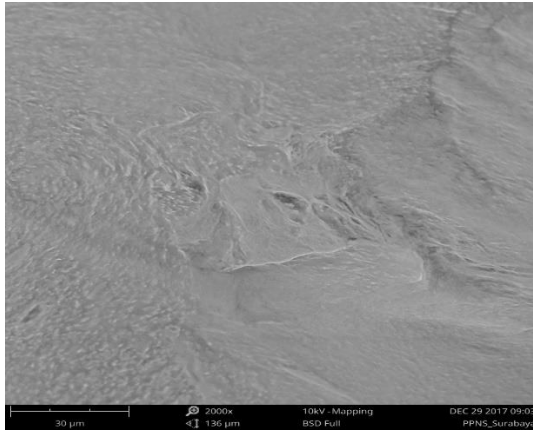
Gambar IV.5 Grafik FTIR untuk variabel konsentrasi inisiator

Pada gambar IV.5 diatas menunjukkan hasil uji FTIR untuk produk dengan variasi konsentrasi inisiator. Pada gambar dapat terlihat peak peak yang terdapat yang pada masing masing konsentrasi inisiator menunjukkan kemiripan yang menandakan bahwa tiap produk memiliki ikatan atau gugus yang hamper sama. Dari gambar juga terlihat bahwa kenaikan konsentrasi inisiator tidak selalu menyebabkan meningkatnya ketajaman peak dimana ketajaman peak tertinggi ada pada konsentrasi inisiator 1%. Hal ini berbeda dengan pengaruh konsentrasi *crosslinker* terhadap ketajaman peak.

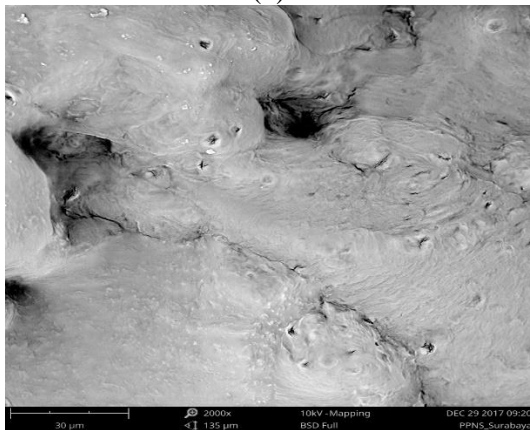
IV.4.3 Uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*)



(a)



(b)



(c)

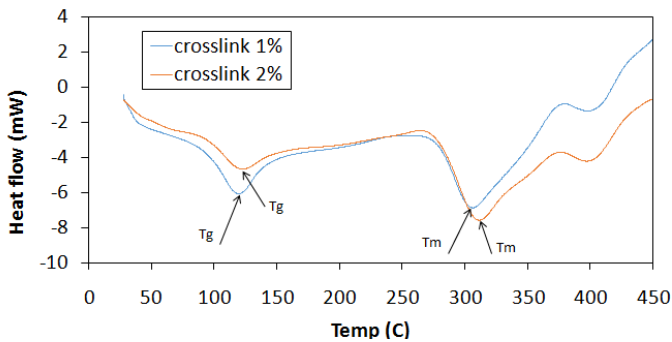
Gambar IV.6. Hasil SEM untuk (a) pati, (b) variabel *crosslink* 1.5 % inisiator 1.5 %, dan (c) *crosslink* 1.25% variabel inisiator 1 %

Selain dari pengamatan gugus fungsi yang teramati dalam spektrum FTIR, keberhasilan kopolimerisasi cangkok (graft) dan *crosslink* juga diamati dengan cara uji SEM yaitu membandingkan mikrograf pati dengan mikrograf produk superabsorben polimer pati/asam akrilat. Pada gambar terlihat bahwa morfologi permukaan pati didapat sangat berbeda dengan produk superabsorbent polimer hasil modifikasi pati. Kenampakan pati terlihat terdapat granula yang menyerupai bentuk bola dengan ukuran granula yang bervariasi. Pada produk superabsorben polimer hidrogel, tidak lagi ditemukan granula, tetapi terlihat permukaan yang terlihat agak halus (gambar b) dan permukaan yang terlihat lebih kasar serta terlihat lubang (gambar c). Produk superabsorben polimer hidrogel dengan konsentrasi crosslinker 1.5% inisiator 1.5% dengan permukaan lebih halus memiliki kapasitas penyerapan air yang lebih rendah yaitu sebesar 367.9 g/g dengan volume 205 ml/ml. Pada produk dengan konsentrasi inisiator 1.25% crosslink 1% dengan permukaan yang lebih kasar dapat menyerap dan menyimpan air yang lebih tinggi yaitu sebesar 442.17 g/g dengan volume 241 ml/ml.

IV.4.4 Uji DSC (*Differential Scanning Calorimetry*)

Selain karakterisasi dengan FTIR dan SEM, produk superabsorbent polimer juga di karakterisasi dengan DSC untuk mengetahui termal properties dan membandingkan transisi temperature dari pati dan produk superabsorbent polimer. Pemanasan sampel dilakukan mulai dari suhu 25 hingga suhu 450 °C dengan laju pemanasan 10 °C/menit.

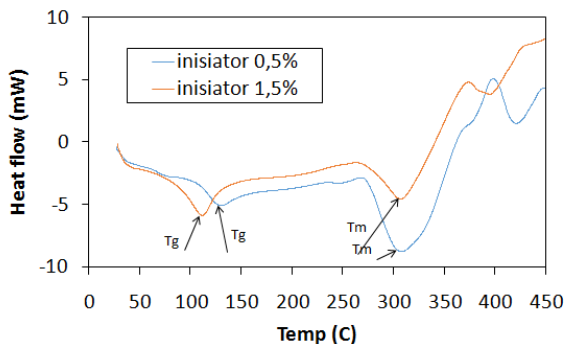
Berdasarkan penelitian Fauzi A. 2017, termogram DSC untuk pati memiliki tiga puncak kurva. Puncak yang pertama menunjukkan adanya reaksi endotermik pada temperature 85.27 °C. Hal ini memperlihatkan bahwa temperature transisi gelas (T_g) terjadi pada temperature tersebut. Puncak yang kedua menunjukkan adanya reaksi eksotermik yang merefleksikan titik kristalin (T_c) yang terjadi pada temperatur 153.09 °C. Pada temperature ini terjadi perubahan struktur kristalin akibat perlakuan termal. Puncak yang ketiga merupakan reaksi endotermik yang menunjukkan temperatur transisi *melting* dimana pada temperature ini kristal pati mengalami pelelehan. Temperatur *melting* ini terjadi pada 244.46 °C. Hasil penelitian Fauzi A. dipakai sebagai bahan acuan untuk penelitian ini karena menggunakan bahan *pati* yang sama. Berdasarkan referensi dari “*polymer properties*” asam akrilat memiliki nilai T_g 105°C.



Gambar IV.7 Grafik Hubungan antara Temperatur dengan Heat Flow untuk Produk dengan Konsentrasi *Crosslinker* 1% dan 2%

Gambar tersebut memperlihatkan hasil termogram DSC untuk produk superabsorben polimer hidrogel pada variasi crosslinker. Gambar tersebut menunjukkan nilai T_g pada konsentrasi crosslinker 1% berada pada temperatur 119,76°C dan T_m pada temperatur 306,31°C. Hal ini memperlihatkan adanya perbedaan antara T_g dan T_m produk superabsorben polimer dengan pati dimana T_g dan T_m pada produk superabsorben polimer lebih tinggi dari pati. Sedangkan pada konsentrasi crosslinker 2% nilai T_g dan T_m berturut – turut yaitu 122,99 °C dan 311,56°C. Hal ini terlihat bahawa T_g dan T_m semakin meningkat dengan naiknya konsentrasi crosslinker dari konsentrasi 1% hingga 2%. Kenaikan crosslinker menyebabkan volume bebas material menurun serta

meningkatkan *crosslinking density* yang berpengaruh pada naiknya Tg (Singhal R, 2007).



Gambar IV.8 Grafik Hubungan antara Temperatur dengan Heat Flow untuk Produk dengan konsentrasi inisiator 0.5% dan 1.5%

Gambar diatas memperlihatkan hasil termogram DSC untuk produk superabsorben polimer hidrogel pati/asam akrilat pada konsentrasi inisiator 0.5% dan 1.5%. Gambar tersebut menunjukkan nilai Tg pada konsentrasi inisiator 0.5% wt monomer berada pada temperatur 130,43°C dan Tm pada temperatur 308,24°C. Sedangkan pada konsentrasi inisiator 1,5%, nilai Tg dan Tm berturut – turut yaitu 111,87°C dan 307,5°C. Hal ini memperlihatkan semakin meningkatnya konsentrasi inisiator akan menyebabkan turunnya nilai Tg. Hal ini disebabkan semakin meningkatnya konsentrasi inisiator, akan meningkatkan jumlah radikal bebas yang membuat semakin banyaknya peluang monomer asam akrilat untuk membentuk makroradikal serta menyebabkan laju

homopolimerisasi lebih besar dari pada laju grafting sehingga menyebabkan berat molekul menurun. Menurunnya berat molekul akan menyebabkan turunnya Tg (Jadhav R.N, 2009).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Dari hasil uji FTIR superabsorben polimer dengan metode grafting melalui teknik polimerisasi larutan telah terbukti bahwa SAP pati/asam akrilat merupakan hasil kopolimer dari pati dan asam akrilat.
2. Sementara hasil DSC menunjukkan superabsorben polimer dengan variabel *crosslinker* 1% memiliki temperatur transisi gelas (T_g) pada suhu 119,76°C dan temperatur *melting* (T_m) pada 306,31°C, sedangkan variabel *crosslinker* 2% memiliki temperatur transisi gelas (T_g) pada suhu 122,99°C dan temperatur *melting* (T_m) pada 311,56°C. Hasil DSC superabsorben polimer dengan variabel inisiator 0,5% memiliki temperatur transisi gelas (T_g) pada suhu 130,43°C dan temperatur *melting* (T_m) pada 308,24, sedangkan variabel inisiator 1,5% memiliki temperatur transisi gelas (T_g) pada suhu 111,87°C dan temperatur *melting* (T_m) pada 307,5°C.

3. Hasil SEM menunjukkan bahwa superabsorben polimer ini memiliki permukaan agak kasar, memiliki lubang/pori dan tidak nampak adanya granul pati.
4. Pada sintesa superabsorben polimer menggunakan metode *grafting* dan *crosslink* antara pati, asam akrilat dan MBA melalui teknik polimerisasi larutan diperoleh hasil:
 - a. Kenaikan konsentrasi *crosslinker* menyebabkan *water absorbancy* cenderung naik hingga nilai maksimum pada konsentrasi *crosslinker* 1,5%wt monomer, kemudian mengalami penurunan.
 - b. Kenaikan konsentrasi inisiator menyebabkan *water absorbancy* cenderung mengalami kenaikan hingga nilai maksimal pada konsentrasi 1,25%wt monomer, kemudian mengalami penurunan.

V.2 SARAN

1. Perlunya pengontrolan yang ketat pada kondisi operasi agar didapatkan hasil yang lebih konsisten.
2. Perlu dilakukan penelitian dengan variabel lain yang mempengaruhi *water absorbancy* seperti pengaruh derajat netralisasi dan waktu untuk mendapatkan superabsorben polimer yang memiliki *water absorbancy* besar.

DAFTAR PUSTAKA

- Adina Elena Segneanu, I. G. (2012). Organic Compounds FT-IR Spectroscopy. *www.intechopen.com*, 17-18.
- Ahmed, E. M., Aggor, F. S., & Hawash, S. S. (2015). Synthesis and Characterization of Super Absorbent Polymers for Agricultural Purposes. *International Journal of Scientific and Engineering Research*, 1-6.
- Das, N. (2013). Preparation Methods and Properties Of Hydrogel: A Review. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 1-6.
- Fauzi, A. (2017). *Pembuatan Flokulasi Starch-g-Polyacrylamide Dengan Grafting To*. Surabaya: Departemen Teknik Kimia, FTI ITS.
- Hao Ren, Z. N. (2012). Comparison of Traditional Methods and Microwave Irradiation Method About Amylum/Acrylic Acid /Acrylamide. *Intechopen*, 8.
- Kabiri, K. (2008). Superabsorbent Polymer Materials: A Review. *Iranian Polymer Journal*, 9-12.
- Kulkarni, P. (2015). Synthesis and characterization of poly (acrylic acid) / Starch /Bentonite Superabsorbent Polymer Composite. 6.

Rajive Singh Tomar, I. G. (2007). Synthesis of Poly (Acrylamide-co-Acrylic Acid) based Superabsorbent Hydrogels: Study of Network Parameter and Swelling Behaviour. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 3.

Suwardi, A. S. (2009). Sintesis Hidrogel Superabsorben Berbasis Akrilamida dan Asam akrilat Pada Kondisi Atmosferik. *Jurnal Penelitian Saintek*, 1-16.

Fernando, T. N. (2016). Development of Radiation Grafted Super Absorbent Polymers for Agricultural Applications. *Elsevier*, 1-15.

Z. S. Liu, G. L. Rempel. (1996). Preparation of Superabsorbent Polymers by Crosslinking Acrylic Acid and Acrylamide Copolymers. *Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada*., 1-9.

Liu, Zouxin et al. (2008). Synthesis and characterization of a novel super-absorbent based on chemically modified pulverized wheat straw and acrylic acid. *Carbohydrate Polymers*, 1-6.

Pomeranz, Y. (1991). *Functional Properties of Food Components*. 2nd Edition. Academic Press, Inc., NY.

Moorthy, S.N. 2004. Tropical sources of starch. CRC Press, Baco Raton. Florida.

Chan, H. T., JR. (1983). Handbook Of Tropical Foods. Marcel Dekker Inc., New York and Basel.

Glyn O. Phillips, P A Williams. (2000). Starch. Dalam: Handbook of Hydrocolloids. CRC Press, Cambridge, London.

Pourjavadi, A, (2007). Optimization of synthetic conditions CMC-g-poly(acrylic acid)/celite composite superabsorbent by Taguchi method and determination of its absorbency under load. *eXPRESS Polymer Letters* 1(8): 488-494.

Kiatkamjornwong, Suda, (2007). Superabsorbent Polymers and Superabsorbent Polymer Composites. *ScienceAsia* 33 Supplement 1 (2007): 39-43

Kulkarni, Parag., Lakhan Kalwale, Ajay Rane, V.K.Abitha, (2014). Synthesis and characterization of poly (acrylic acid) / Starch / Bentonite superabsorbent polymer composite. *ISSN 5(3)*: 2249 – 8877

Puspasari Tiara. (2012) : *Preparation of Cassava Starch-Based Superabsorbent Polymer Nanocomposite (SAPNC)*, Tesis, Bandung Institute of Technology.

Sun, Ruijian., Mengyao Li, Jinchu Zhang, Lijun Zhu, 2013. The Synthesis And Properties Of The Modified Bentonite-Starch Absorbent Polymer. *Advanced Materials Research Vols. 726-731 (2013) pp 511-515*

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR NOTASI

Simbol	Keterangan	Satuan
S	Water absorbancy	g/g
V	Volume ekspansion	mL/mL
W1	Massa awal	Gram
W2	Massa akhir	Gram
V1	Volume awal	mL
V2	Volume akhir	mL

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN A

APPENDIKS

Sintesa Superabsorben Polimer Hidrogel

1. Perbandingan massa pati : monomer = 1 : 3

Monomer = Asam Akrilat (AA)

Dipakai massa pati = 5 gram, sehingga AA yang dibutuhkan sebesar 15 gram

BM AA = 72,06 gram/mol

$$\text{Mol AA} = \frac{15 \text{ gram}}{72,06 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}}$$

$$= 0,2082 \text{ mol}$$

Densitas AA = 1,05 gram/mL

$$\text{Volume AA} = \frac{15 \text{ gram}}{1,05 \text{ gram/mL}}$$

$$= 14,2857 \text{ mL}$$

Jadi, asam akrilat yang diambil adalah 14,2857 mL

2. Kebutuhan inisiator $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$

Inisiator yang dipakai = 1,5% wt monomer

$$= 1,5\% \text{ wt} \times \text{massa AA}$$

$$= 1,5\% \text{ wt} \times 15 \text{ gram}$$

$$= 0,225 \text{ gram}$$

3. Kebutuhan *crosslinker* MBA

Crosslinker yang dipakai = 1,25% wt monomer

$$= 1,25\% \text{ wt} \times \text{massa AA}$$

$$= 1,25\% \text{ wt} \times 15 \text{ gram}$$

$$= 0,1875 \text{ gram}$$

4. Kebutuhan NaOH

$$\text{Mol NaOH yang dibutuhkan} = 40\% \times \text{mol AA}$$

$$= 40\% \times 0,2802 \text{ mol}$$

$$= 0,0833 \text{ mol}$$

$$\text{BM NaOH} = 40 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Massa NaOH} = \text{mol NaOH} \times \text{BM NaOH}$$

$$= 0,0833 \text{ mol} \times 40 \text{ gram/mol}$$

$$= 3,332 \text{ gram}$$

LAMPIRAN B

DATA PERCOBAAN DAN PERHITUNGAN

Hasil Uji *Water Absorbency*

a. Data hasil pengukuran

No	Variabel berubah	Konsentrasi (% wt monomer)	V1 (mL)	W1 (g)
1.	crosslinker	1%	0,5	0,27
2.		1,25%	0,5	0,27
3.		1,5%	0,5	0,27
4.		1,75%	0,5	0,27
5.		2%	0,5	0,27
6.	Inisiator	0,5%	0,5	0,25
7.		0,75%	0,5	0,27
8.		1%	0,5	0,27
9		1,25%	0,5	0,27
10		1,5%	0,5	0,27
Rata-rata			0,5	0,268

No	Variabel berubah	Konsentrasi (% wt monomer)	V2 (mL)	W2 (g)
1.	crosslinker	1%	119	113,28
2.		1,25%	91	89,55
3.		1,5%	103	100,09
4.		1,75%	76	74,87
5.		2%	67	65,89
6.	Inisiator	0,5%	113	112,44
7.		0,75%	120	119,86
8.		1%	121	120,24
9		1,25%	117	117,20
10		1,5%	84	82,84

b. Hasil Pengukuran *Water Absorbency*

No	Variabel berubah	Konsentrasi	V (mL/mL)	S (g/g)
1.	Crosslinker	1%	237	416,51 44
2.		1,25%	181	329,05 31
3.		1,5%	205	367,90 02
4.		1,75%	151	274,94 72
5.		2%	133	241,84 98
6.	Inisiator	0,5%	225	413,41 84
7.		0,75%	239	440,76 62
8.		1%	241	442,16 67
9		1,25%	233	430,96 23
10		1,5%	167	304,32 21

Dengan : $S = (W2 - W1)/W1$

$$V = (V2 - V1)/V1$$

Dimana: S = absorbency (g/g)

W1= berat sampel sebelum menyerap air (gram)

W2= berat sampel beserta air yang diserap (gram)

V= volume expansion (ml/ml)

V1 = volume sampel sebelum menyerap air (mL)

V_2 = volume sampel beserta air yang diserap
(mL/mL)

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

RIWAYAT HIDUP PENULIS



Adhitiyan Basuki .Lahir di Blora, 01 April 1994. Penulis menjalani dunia pendidikan formal di SD Negeri 2 Padaan tahun 2000-2006, SMP Negeri 1 Japah tahun 2006-2009, SMA Negeri 1 Blora tahun 2009-2012, Jenjang Diploma III (D-III) Jurusan Teknik Kimia Universitas Sebelas Maret Surakarta tahun 2012-2015, dan melanjutkan ke jenjang Strata I (S-1) Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya tahun 2016-2018. Untuk riset tugas akhir, penulis memilih laboratorium Teknologi Material bersama partnernya Hilman Maulana Ma'ruf, yang dibimbing oleh Dr. Ir. Sumarno, M.Eng dan Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T. dengan judul **“Sintesa dan Karakterisasi Superabsorben Polimer dari Pati dan Asam Akrilat”**. Penulis juga melakukan kerja praktek di PT Petrokimia Gresik pada tahun 2017 dengan tugas khusus “Evaluasi kinerja blower C-1301 pada pabrik Asam sulfat, PT Petrokimia Gresik. Penulis dapat dihubungi melalui email adhitiyan.basuki@gmail.com

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

RIWAYAT HIDUP PENULIS



Hilman Maulana Ma'ruf. Lahir di Pemalang, 15 Juli 1994. Penulis menjalani dunia pendidikan formal di MI Nurul Ulum Pegiringan tahun 2000-2006, MTS Nurul Ulum Pegiringan tahun 2006-2009, SMA Negeri 1 Randudongkal tahun 2009-2012, Jenjang Diploma III (D-III) Jurusan Teknik Kimia Universitas Sebelas Maret Surakarta tahun 2012-2015, dan melanjutkan ke jenjang Strata I (S-1) Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya tahun 2016-2018. Untuk riset tugas akhir, penulis memilih laboratorium Teknologi Material bersama partnernya Adhitiyan Basuki, yang dibimbing oleh Dr. Ir. Sumarno, M.Eng dan Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T. dengan judul **“Sintesa dan Karakterisasi Superabsorben Polimer dari Pati dan Asam Akrilat”**. Penulis juga melakukan kerja praktek di PT Petrokimia Gresik pada tahun 2017 dengan tugas khusus “Evaluasi kinerja blower C-1301 pada pabrik Asam sulfat, PT Petrokimia Gresik. Penulis dapat dihubungi melalui email hilmanmaruf15@gmail.com